

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

18. 6. 2004  
PCT/JP 2004/008940

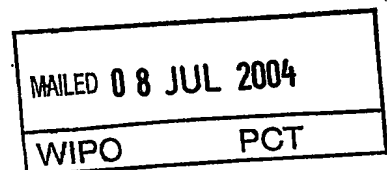
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2003年 9月22日  
Date of Application:

出願番号 特願2003-329584  
Application Number:  
[ST. 10/C]: [JP 2003-329584]

出願人 帝人ファイバー株式会社  
Applicant(s):

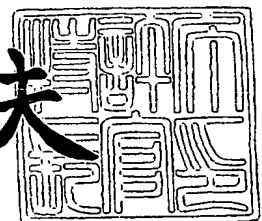


PRIORITY  
DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 5月27日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号 出証特2004-3045558

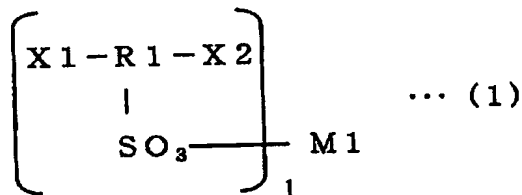
【書類名】 特許願  
【整理番号】 P36884  
【提出日】 平成15年 9月22日  
【あて先】 特許庁長官殿  
【国際特許分類】 D01F 6/86  
【発明者】  
    【住所又は居所】 愛媛県松山市北吉田町 7 7 番地 帝人ファイバー株式会社 松山  
                            事業所内  
    【氏名】 溝端 斉治  
【発明者】  
    【住所又は居所】 愛媛県松山市北吉田町 7 7 番地 帝人ファイバー株式会社 松山  
                            事業所内  
    【氏名】 牧野 昭二  
【発明者】  
    【住所又は居所】 愛媛県松山市北吉田町 7 7 番地 帝人ファイバー株式会社 松山  
                            事業所内  
    【氏名】 森岡 茂  
【特許出願人】  
    【識別番号】 302011711  
    【氏名又は名称】 帝人ファイバー株式会社  
【代理人】  
    【識別番号】 100099678  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 三原 秀子  
【手数料の表示】  
    【予納台帳番号】 206048  
    【納付金額】 21,000円  
【提出物件の目録】  
    【物件名】 特許請求の範囲 1  
    【物件名】 明細書 1  
    【物件名】 要約書 1  
    【包括委任状番号】 0203437

## 【書類名】特許請求の範囲

## 【請求項 1】

下記一般式 (1) で表される有機スルホン酸金属塩が共重合された、ポリブチレンテレフタレートハードセグメントとしポリオキシエチレングリコールをソフトセグメントとするポリエーテルエステルエラストマーからなる弾性繊維であって、該弾性繊維の固有粘度が 0.9 以上であり、35℃95%RHでの吸湿率が5%以上、吸水伸長率が10%以上であることを特徴とするポリエーテルエステル弾性繊維。

## 【化 1】



(式中、R1は芳香族炭化水素基または脂肪族炭化水素基、X1はエステル形成性官能基、X2はX1と同一もしくは異なるエステル形成性官能基あるいは水素原子、M1はアルカリ金属またはアルカリ土類金属、1は1または2を示す。)

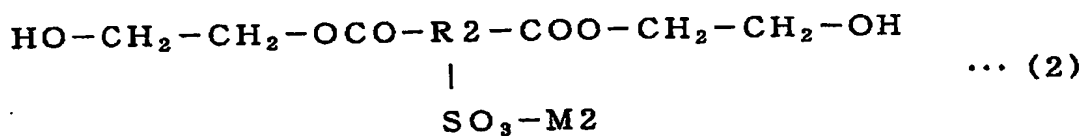
## 【請求項 2】

弾性繊維の沸水収縮率が10%以上である請求項1記載のポリエーテルエステル弾性繊維。

## 【請求項 3】

有機スルホン酸金属塩が、下記一般式 (2) で表される化合物である請求項1または2に記載のポリエーテルエステル弾性繊維。

## 【化 2】



(式中、R2は芳香族炭化水素基または脂肪族炭化水素基、M2はアルカリ金属またはアルカリ土類金属を示す。)

## 【請求項 4】

有機スルホン酸金属塩の共重合量が、ポリエーテルエステルエラストマーを構成する酸成分を基準として0.1~20モル%の範囲である請求項1~3のいずれか1項に記載のポリエーテルエステル弾性繊維。

## 【請求項 5】

ハードセグメント：ソフトセグメントの比率が、重量を基準として30:70~70:30の範囲である請求項1~4のいずれか1項に記載のポリエーテルエステル弾性繊維。

## 【請求項 6】

請求項1~5のいずれか1項に記載のポリエーテルエステル弾性繊維を少なくとも一部に用いてなる布帛。

## 【請求項 7】

請求項1~5のいずれか1項に記載のポリエーテルエステル弾性繊維を少なくとも一部に用いてなる衣料。

## 【請求項 8】

請求項1~5のいずれか1項に記載のポリエーテルエステル弾性繊維を少なくとも一部

に用いてなる下着。

【請求項 9】

請求項 1 ～ 5 のいずれか 1 項に記載のポリエーテルエステル弾性繊維を少なくとも一部に用いてなるスポーツウェア。

## 【書類名】明細書

【発明の名称】 ポリエーテルエステル弾性繊維およびこれを用いた布帛、衣料

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、吸放湿性が良好であり、吸放水により可逆に伸縮し、特にスポーツ用途やインナー用途などにおいて従来にない快適性を発現する布帛が得られるポリエーテルエステル弾性繊維に関するものである。

## 【背景技術】

## 【0002】

従来、衣料用や産業資材用の弾性繊維としては、ポリウレタン弾性繊維が主に用いられているが、耐熱性、耐薬品性、耐候（光）性が劣るという欠点がある。また、製造上、乾式紡糸プロセスが必要なため、溶剤回収が必要であり、低生産性、エネルギー多消費性であるという問題がある。更に、ポリウレタン弾性繊維はリサイクルが困難であり、燃焼時には有害ガスを発生するなどといった、今後の循環型社会の到来に向けて多くの課題を有している。

## 【0003】

このような背景のもと、溶融紡糸が可能な、ポリアルキレンテレフタレートのような高結晶性のポリエステルをハードセグメントとし、ポリアルキレングリコールをソフトセグメントとするポリエーテルエステル弾性繊維が、高生産性であること、耐熱性、耐熱セツト性に優れることなどの利点を活かし実用化されている。さらに、リサイクルが可能で、有害ガスの発生もないことから、循環型社会に適した弾性繊維として今後の発展が期待されている（例えば、特許文献1～3など）。

## 【0004】

かかるポリエーテルエステル弾性繊維としては、弾性的性能がポリウレタン弾性繊維に匹敵できるものとして、ハードセグメントとしてポリブチレンテレフタレート、ソフトセグメントとしてポリオキシブチレングリコールを用いたポリエーテルエステル弾性繊維などが使用されている。しかしながら、これらのハードセグメント及びソフトセグメントはいずれも一般的には疎水性であり、吸湿性や吸水性などの親水性を有するポリエーテルエステル弾性繊維では実用化されているものはほとんど皆無である。

## 【0005】

一方、特許文献4には、吸湿性能を付与した弾性繊維が提案されているが、吸水率500～4,000重量%の吸水性樹脂を含有したポリウレタン弾性体の具体例が記載されているに過ぎない。

## 【0006】

また、従来提案されているように繊維自身に吸湿性を持たせるだけでは、これを布帛あるいはさらに衣服として、その快適性を向上させるのには限界があり、さらに新しい機能を持つ弾性繊維が求められている。

【特許文献1】 特公昭47-14054号公報

【特許文献2】 特開昭48-10346号公報

【特許文献3】 特開昭57-77317号公報

【特許文献4】 国際公開第00/47802号パンフレット

## 【発明の開示】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0007】

本発明は、上記従来技術を背景になされたもので、その目的は、吸湿性が良好であり、吸放水により可逆的に大きく伸縮して、快適性に優れた布帛が得られる、リサイクル可能なポリエーテルエステル弾性繊維およびこれを用いた布帛、衣料を提供することにある。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0008】

本発明者らは、上記従来技術に鑑み検討を重ねた結果、共重合方法によっては従来難し

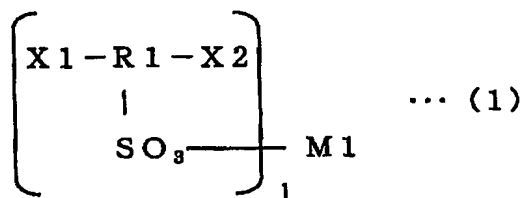
かった有機スルホン酸金属塩共重合ポリエーテルエステル固有粘度をアップさせることができ、こうして得られた固有粘度の高いポリエーテルエステルは、これを適正な条件の選んで紡糸したとき、吸湿性能が格段に向上しており、しかも吸放水により可逆的に大きく伸縮する弾性繊維となることがわかった。

#### 【0009】

かくして、本発明によれば、下記一般式(1)で表される有機スルホン酸金属塩が共重合された、ポリブチレンテレフタレートハードセグメントとしポリオキシエチレングリコールをソフトセグメントとするポリエーテルエステルエラストマーからなる弾性繊維であって、該弾性繊維の固有粘度が0.9以上であり、35℃95%RHでの吸湿率が5%以上、吸水伸長率が10%以上であることを特徴とするポリエーテルエステル弾性繊維が提供される。

#### 【0010】

#### 【化1】



(式中、R1は芳香族炭化水素基または脂肪族炭化水素基、X1はエステル形成性官能基、X2はX1と同一もしくは異なるエステル形成性官能基あるいは水素原子、M1はアルカリ金属またはアルカリ土類金属、1は1または2を示す。)

#### 【発明の効果】

#### 【0011】

本発明の弾性繊維は、ポリエーテルエステルからなるためリサイクル性に優れている。また、本発明の弾性繊維は、吸湿性が良好であり、吸放水により可逆的に伸縮するため、吸水により布帛の目開きが変化する自己調節機能を発現し、快適性に優れた布帛を得ることができる。

#### 【発明を実施するための最良の形態】

#### 【0012】

本発明の弾性繊維は、後述する特定の有機スルホン酸金属塩が共重合された、ポリブチレンテレフタレートハードセグメントとし、ポリオキシエチレングリコールをソフトセグメントとするポリエーテルエステルエラストマーからなる弾性繊維である。

#### 【0013】

ハードセグメントであるポリブチレンテレフタレートは、ブチレンテレフタレート単位を少なくとも70モル%以上含有することが好ましい。ブチレンテレフタレートの含有率は、より好ましくは80モル%以上、さらに好ましくは90モル%以上である。

#### 【0014】

後で詳述するが、上記ポリブチレンテレフタレートには、前述した一般式(1)で表される金属スルホン酸金属塩が共重合されている必要があるが、これ以外に、本発明の目的の達成が実質的に損なわれない範囲内で他の成分が共重合されていてもよい。他の共重合成分としては、ジカルボン酸成分では、例えばナフタレンジカルボン酸、イソフタル酸、ジフェニルジカルボン酸、ジフェニルキシエタンジカルボン酸、β-ヒドロキシエトキシ安息香酸、p-オキシ安息香酸、アジピン酸、セバシン酸、1,4-シクロヘキサレンジカルボン酸のような芳香族、脂肪族のジカルボン酸成分を挙げることができる。さらに、トリメリット酸、ピロメリット酸、のような三官能性以上のポリカルボン酸を共重合成分として用いても良い。また、ジオール成分では、例えばトリメチレングリコール、エチレン

グリコール、シクロヘキサン-1, 4-ジメタノール、ネオペンチルグリコールのような脂肪族、脂環族、芳香族のジオール成分を挙げることができる。さらに、グリセリン、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトールのような三官能性以上のポリオールを共重合成分として用いてもよい。

#### 【0015】

一方、ソフトセグメントであるポリオキシエチレングリコールは、オキシエチレングリコール単位を少なくとも70モル%以上含有することが好ましい。オキシエチレングリコールの含有量は、より好ましくは80モル%以上、さらに好ましくは90モル%以上である。上記ポリオキシエチレングリコールには、本発明の目的の達成が実質的に損なわれない範囲内で、例えば、プロピレングリコール、テトラメチレングリコール、グリセリンなどが共重合されている。また、

#### 【0016】

上記ポリオキシエチレングリコールの数平均分子量としては、400～8000が好ましく、なかでも1000～6000が特に好ましい。

#### 【0017】

本発明においては、ハードセグメント：ソフトセグメントの重量比率は、70：30～30：70の範囲にあることが好ましく、より好ましくは60：40～40：60の範囲である。ハードセグメントの重量比率が70%を超えると、弾性繊維の伸度が低くなり、高ストレッチ用途に使用することが難しくなり、吸湿性が低下する傾向にある。また、ハードセグメントの重量比率が30%未満であると、ポリブチレンテレフタレート結晶部の割合が低くなるため強度が低下する傾向にあり、添加したポリオキシエチレングリコールをすべて共重合させることが困難となり、精練・染色などの高次加工工程や、製品として使用される場合の洗濯堅牢性が劣ったものになりやすい。

#### 【0018】

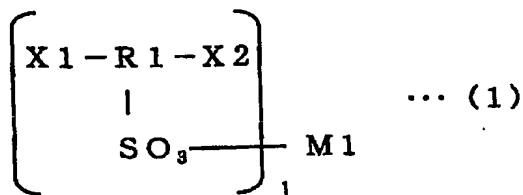
本発明においては、ハードセグメントとソフトセグメントの比率は、重量を基準として70：30～30：70の範囲にあることが好ましく、より好ましくは60：40～40：60の範囲である。ハードセグメントの比率が70%を超えると、弾性繊維の吸放湿性が低くなる傾向にあり、また、伸度やストレッチ性が悪くなる傾向にある。一方、ハードセグメントの比率が30%未満では、ポリブチレンテレフタレート結晶部の割合が低くなるため強度が低下する傾向にあり、精練・染色などの高次加工工程や、製品として使用された場合の洗濯堅牢性が劣ったものとなり易い。

#### 【0019】

本発明においては、上記ポリエーテルエステルエラストマーに、下記一般式(1)で表される有機スルホン酸金属塩が共重合されている必要がある。これにより本発明の目的とする、吸湿率が良好であり、さらに吸放水により可逆的に伸縮する弾性繊維とすることができる。

#### 【0020】

#### 【化2】

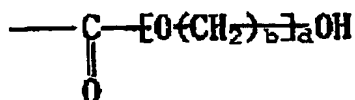
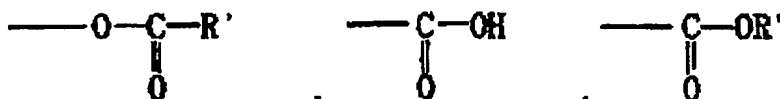


式中、R1は芳香族炭化水素基または脂肪族炭化水素基であり、好ましくは炭素数6～15の芳香族炭化水素基または炭素数10以下の脂肪族炭化水素基である。特に好ましいR1は、炭素数6～12の芳香族炭化水素基、とりわけベンゼン環である。M1はアルカ

リ金属またはアルカリ土類金属であり、1は1または2である。なかでもM1がアルカリ金属（例えばリチウム、ナトリウムまたはカリウム）であり、かつ1が1であるものが好ましい。X1はエステル形成性官能基を示し、X2はX1と同一もしくは異なるエステル形成性官能基あるいは水素原子を示すが、エステル形成性官能基であるのが好ましい。エステル形成性官能基としてはポリエーテルエステルの主鎖または末端に反応して結合する基であればよく、具体的には下記の基を挙げることができる。

【0021】

【化3】



（上記式中、R'は低級アルキル基またはフェニル基を示し、aおよびdは1～10の整数を示し、bは2～6の整数を示す。）

上記一般式（1）で表わされる有機スルホン酸金属塩の好ましい具体例としては、3,5-ジカルボメトキシベンゼンスルホン酸ナトリウム、3,5-ジカルボメトキシベンゼンスルホン酸カリウム、3,5-ジカルボメトキシベンゼンスルホン酸リチウム、3,5-ジカルボキシベンゼンスルホン酸ナトリウム、3,5-ジカルボキシベンゼンスルホン酸カリウム、3,5-ジカルボキシベンゼンスルホン酸リチウム、3,5-ジ（β-ヒドロキシエトキシカルボニル）ベンゼンスルホン酸ナトリウム、3,5-ジ（β-ヒドロキシエトキシカルボニル）ベンゼンスルホン酸カリウム、3,5-ジ（β-ヒドロキシエトキシカルボニル）ベンゼンスルホン酸リチウム、2,6-ジカルボメトキシナフタレン-4-スルホン酸ナトリウム、2,6-ジカルボメトキシナフタレン-4-スルホン酸カリウム、2,6-ジカルボメトキシナフタレン-4-スルホン酸リチウム、2,6-ジカルボキシナフタレン-4-スルホン酸ナトリウム、2,6-ジカルボキシナフタレン-4-スルホン酸カリウム、2,6-ジカルボキシナフタレン-4,8-ジスルホン酸ナトリウム、2,6-ジカルボキシナフタレン-4,8-ジスルホン酸カリウム、2,5-ビス（ヒドロキシ）ベンゼンスルホン酸ナトリウム、α-ナトリウムスルホコハク酸などをあげることができる。上記有機スルホン酸金属塩は1種のみを単独で用いても、2種以上併用してもよい。

【0022】

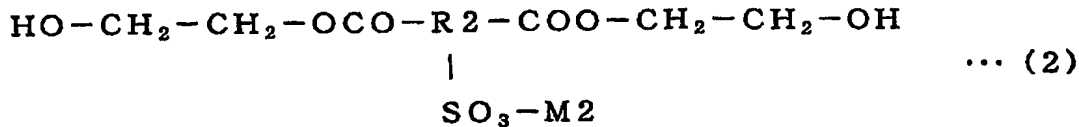
本発明においては、下記一般式（2）で表される有機スルホン酸金属塩を共重合させることが、ポリエーテルエステルエラストマーの固有粘度を容易に0.9以上とすることができる点、さらに得られる弾性繊維の吸湿率および吸水伸長率を格段に高くできる点で好ましい。我々の研究によれば、かかる有機スルホン酸金属塩を共重合させることにより、吸水伸長率20%以上といった極めて高い水準を達成でき、より快適性に優れた布帛が容



易に得られることがわかった。

【0023】

【化4】



式中、R<sub>2</sub>は芳香族炭化水素基または脂肪族炭化水素基であり、上記一般式(1)におけるR<sub>1</sub>の定義と同じであり、M<sub>2</sub>はアルカリ金属またはアルカリ土類金属であり、上記一般式(1)におけるM<sub>1</sub>の定義と同じある。かかる有機スルホン酸金属塩の好ましい具体例としては、3,5-ジ(β-ヒドロキシエトキシカルボニル)ベンゼンスルホン酸ナトリウム、3,5-ジ(β-ヒドロキシエトキシカルボニル)ベンゼンスルホン酸カリウム、3,5-ジ(β-ヒドロキシエトキシカルボニル)ベンゼンスルホン酸リチウム等が例示される。

【0024】

上記有機スルホン酸金属塩の共重合量は、あまり多すぎると弾性繊維の融点が低下して耐熱性、耐候(光)性、耐薬品性などが低下する傾向にあるため、ポリエーテルエステルエラストマーを構成する全酸成分を基準として0.1~20モル%の範囲とするのが好ましい。逆に、上記共重合量が少なすぎても、吸湿率および吸水伸長率が低下する傾向にあり、0.5~15モル%の範囲とするのがより好ましい。

【0025】

本発明に用いるポリエーテルエステルエラストマーは、たとえば、テレフタル酸ジメチル、テトラメチレングリコールおよびポリオキシエチレングリコールとを含む原料を、エステル交換触媒の存在下でエステル交換反応させ、ビス(ω-ヒドロキシブチル)テレフタレート及び/またはオリゴマーを形成させ、その後、重縮合触媒及び安定剤の存在下で高温減圧下にて熔融重縮合を行うことにより得ることができる。

【0026】

上記のエステル交換触媒としては、ナトリウムなどのアルカリ金属塩、マグネシウム、カルシウムなどのアルカリ土類金属塩、チタン、亜鉛、マンガン等の金属化合物を使用するのが好ましい。

【0027】

重縮合触媒としては、ゲルマニウム化合物、アンチモン化合物、チタン化合物、コバルト化合物、錫化合物を使用するのが好ましい。触媒の使用量は、エステル交換反応、重縮合反応を進行させるために必要な量であるならば特に限定されるものではなく、また、複数の触媒を併用することも可能である。

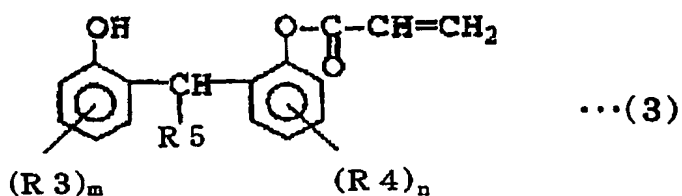
【0028】

また、本発明においては、上記ポリエーテルエステルには、後述するヒンダードフェノール系化合物やヒンダードアミン系化合物が添加されていることが、熔融紡糸時のポリマーの固有粘度の低下を抑制するだけでなく、得られた該弾性繊維の熱劣化、酸化劣化、光劣化などが抑制する効果をも有しており、より好ましい。

【0029】

なかでも、下記一般式(3)で示される分子中に二重結合を有するヒンダードフェノール系化合物を使用することは、本発明のポリエーテルエステルエラストマーの重縮合反応を促進する効果をも持つため、高固有粘度をもつ弾性繊維が得られ易く、高い吸湿性と吸水伸長性を有するポリエーテルエステル弾性繊維を容易に製造できる点で、より好ましい。

【0030】  
【化5】



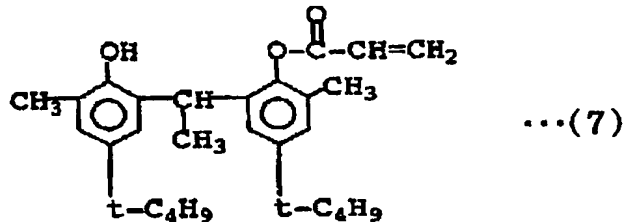
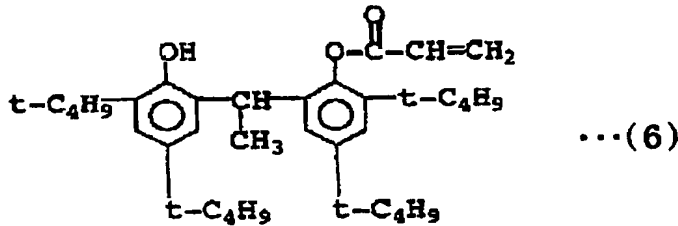
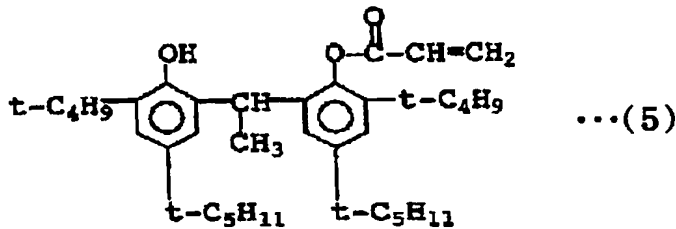
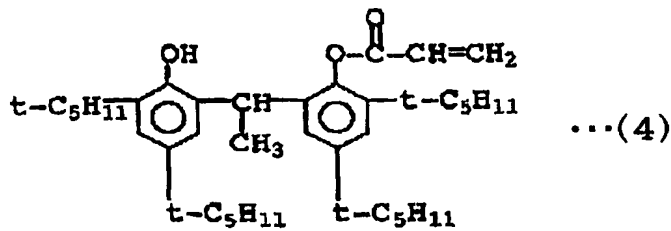
式(3)中、置換基R3およびR4は、各々独立に、炭素数1～6の1価の有機基を示し、ここで置換基R3およびR4のいずれかあるいは両方が複数個存在するときは、複数個存在する置換基は同一であっても異なってもよく、mおよびnは各々独立に0～4の整数であり、そしてR5は水素原子または炭素数1～5の有機基を示す。

【0031】

かかる分子中に二重結合を有するヒンダードフェノール系化合物の具体例として、下記の化合物を挙げることができる。なかでも下記式(4)で示されるものが、前述した高い吸湿性と吸水伸長性を有する弾性繊維が得られ易く、特に好ましい。

【0032】

## 【化6】



(上記 (4)~(7) 式で、 $\text{t-C}_5\text{H}_{11}$ は  $\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ | \\ \text{C}-\text{CH}_2-\text{CH}_3 \\ | \\ \text{CH}_3 \end{array}$ であり、

$\text{t-C}_4\text{H}_9$ は  $\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ | \\ \text{C}-\text{CH}_3 \\ | \\ \text{CH}_3 \end{array}$ である。)

エステル交換触媒の供給は、原料調製時の他、エステル交換反応の初期の段階において行うことができる。また、安定剤の供給は、重縮合反応初期までに行うことができるが、エステル交換反応終了時に添加することが好ましい。更に、重縮合触媒は重縮合反応工程の初期までに供給することができる。

## 【0033】

本発明においては、弾性繊維の固有粘度が0.9以上であり、35℃95%RHでの吸湿率が5%以上、吸水伸長率が10%以上であることが肝要である。これにより、かかる弾性繊維からなる繊維物は、汗などを吸水した際には繊維が伸長し繊維物の目が開いて衣料内部の湿度を逃がし、乾燥した際には繊維は収縮してもとの長さに戻り、繊維物の目が詰まって、衣料内部の湿度を逃がさない、いわゆる自己調節機能を有する、快適性に優れた布帛となる。

## 【0034】

固有粘度が0.9未満では、吸湿率および吸水伸長率が不十分となり、快適性に優れた布帛が得られない。一方、固有粘度があまり大きくなり過ぎると製糸性が低下するだけで

なく、製造コストが高くなるため、固有粘度は0.9~1.2の範囲にあることが好ましい。

#### 【0035】

吸湿率が5%未満では、ベタツキ感、ムレ感があり、吸水伸長率が5%未満では、吸水による可逆的伸長収縮特性が不十分となり、繊維物の目が十分に開いたり閉じたりせず、快適性に優れた布帛が得られない。一方、前述したポリエーテルエステルからなる本発明の弾性繊維においては、上記の、吸湿率あるいは吸水伸長率が大きくなり過ぎると、弾性性能、耐熱性、耐候(光)性、耐薬品性などが悪化する傾向がある。このため、吸湿率は5~45%の範囲が好ましく、より好ましくは10~40%の範囲である。また、吸水伸長率は5~100%の範囲が好ましく、より好ましくは10~80%の範囲であり、さらに好ましくは15~60%の範囲である。

#### 【0036】

本発明においては、弾性繊維の破断伸度を400%以上とすることが、吸湿性を5%以上、吸水伸長率を10%以上とすることができる点、また、製繊維の際に工程の僅かなブレによる断糸を少なくできる点で好ましい。上記破断伸度としては、400~900%の範囲がより好ましく、さらに好ましくは400~800%の範囲である。

#### 【0037】

また、弾性繊維の沸水収縮率を10%以上とすることが、吸湿性を5%以上、吸水伸長率を10%以上とする上でより好ましい。

#### 【0038】

本発明の弾性繊維は、例えば、ペレット状としたポリエーテルエステルを、紡糸口金から熔融して押し出し、口金直下から少なくとも10cm、好ましくは少なくとも15cmの間は保温し、口金下直下から5m以内、好ましくは4m以内の位置で油剤を付与し、引取速度300~1200m/分、好ましくは400~980m/分で引取り、巻取ドラフト率をさらに該引取速度の1.3~1.6、好ましくは1.4~1.5で巻き取ることにより製造することができる。ただし、巻取ドラフトが1.3未満では、ゴデットローラ間およびゴデットローラと捲取機の間に於いて、繊維にかかる張力が不足し、繊維がゴデットローラに捲き付いて断糸してしまうため、好ましくない。上記のように、口金下を保温し、紡速をできるだけ低速に抑え、油剤付与装置までの距離が長くないようにして配向が進まないようにし、さらに引取った後の弾性繊維ができるだけ繊維が引き伸ばされないように、繊維を巻取ることができる範囲内で巻取ドラフトをできるだけ小さくして巻取ることが、吸湿率を5%以上、吸水伸長率を10%以上とする上では好ましい。かかる観点から、弾性繊維は、これを巻取った後、あるいは、引取り後連続して、延伸、あるいはさらに熱処理することは好ましくない。

#### 【実施例】

##### 【0039】

以下、実施例により本発明を具体的に説明する。なお、実施例中の各物性は下記の方法より測定した。

##### (1) 吸湿率

試料を35℃95%RHの条件に調節した恒温恒湿室中に24時間調湿し、絶乾試料の重量と調湿試料の重量から次式により吸湿率を求めた。

$$\text{吸湿率 (\%)} = (\text{調湿試料の重量} - \text{絶乾試料の重量}) \times 100 / \text{絶乾試料の重量}$$

##### (2) 吸水伸長率

繊維をかせ取りし、無緊張下にて30分間沸水処理後、20℃65%RHで風乾・調湿した後に非接触の160℃環境下で無緊張下にて2分間乾熱処理した糸を20℃65%RHの環境下に24時間放置し、これに $0.88 \times 10^{-3} \text{ cN/dtex}$ の荷重を掛けて測定した糸の長さを「乾燥時の糸の長さ」とし、その後この糸を20℃に調節された軟化水中に1分間浸漬後、水中から引き上げ、繊維表面に残存している水分を20℃65%RHで風乾させた濾紙で挟み、水平な台の上に置いて $1.5 \text{ g/cm}^2$ の重しを乗せ2秒間放置して繊維表面の余分な水分を拭き取った後、10秒後に $0.88 \times 10^{-3} \text{ cN/d}$

tex の荷重を掛けて測定した長さを「吸水時の糸の長さ」とし、下記の式により吸水伸長率を計算した。測定は全て 20℃ 65%RH の環境下で行った。

吸水伸長率 = (吸水時の糸の長さ - 乾燥時の糸の長さ) ÷ 乾燥時の糸の長さ × 100%

(3) 破断強度・破断伸度

20℃ × 65%RH に調湿された恒温恒湿室内にて、東洋ボールドウィン社製テンシロン RTM-100 引張試験機を用い、引張テストをすることにより測定した。

(4) ベタツキ感、ムレ感

弾性繊維を、筒編み機を用いて 132 g/m<sup>2</sup> のニットとし、これを任意に選んだ 5 人のひととひとに付け、1 日過ごしてもらい、ベタツキ感、ムレ感を評価した。結果をそれぞれ、良好、不良で示した。

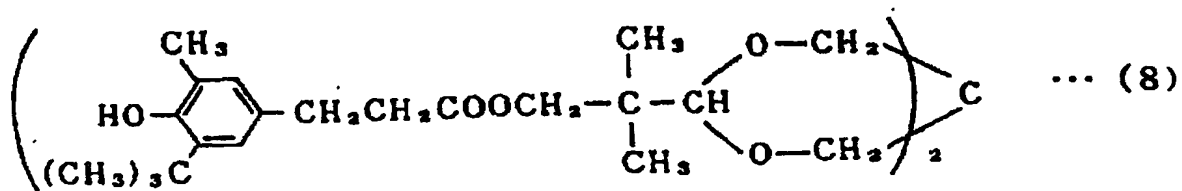
【0040】

[実施例 1]

ジメチルテレフタレート 100 重量部、3, 5-ジ (β-ヒドロキシエトキシカルボニル) ベンゼンスルホン酸ナトリウムの 40 重量%エチレングリコール溶液 23 重量部 (全酸成分に対して 5.0 モル%)、ポリオキシエチレングリコール (数平均分子量 4000) 113.4 重量部、1, 4-ブタンジオール 73.5 重量部 (全酸成分の 1.4 モル倍) および触媒としてテトラブチルチタネート 0.4 重量部を反応槽に仕込み、内温 200℃ でエステル交換反応を行った。理論量の約 80% のメタノールが留出した時点で前述したヒンダードフェノール系化合物 (4) 0.4 重量部を添加した後、昇温、減圧による重縮合反応を開始した。重縮合反応は約 30 分かけて 30 mmHg とし、さらに 30 分かけて 3 mmHg とし、以後 1 mmHg の真空下で内温 250℃ にて 200 分間反応を行い、その時点で下記ヒンダードフェノール系化合物 (8) 1 重量部と、下記ヒンダードアミン系化合物 (9) 2 重量部を添加し、その後さらに 20 分間 1 mmHg 以下の真空下、250℃ で 20 分間反応した。生成したポリエーテルエステルエラストマーの固有粘度は 1.10 であり、ポリブチレンテレフタレート (ハードセグメント) / ポリオキシエチレングリコール (ソフトセグメント) の重量比率は 50/50 であった。

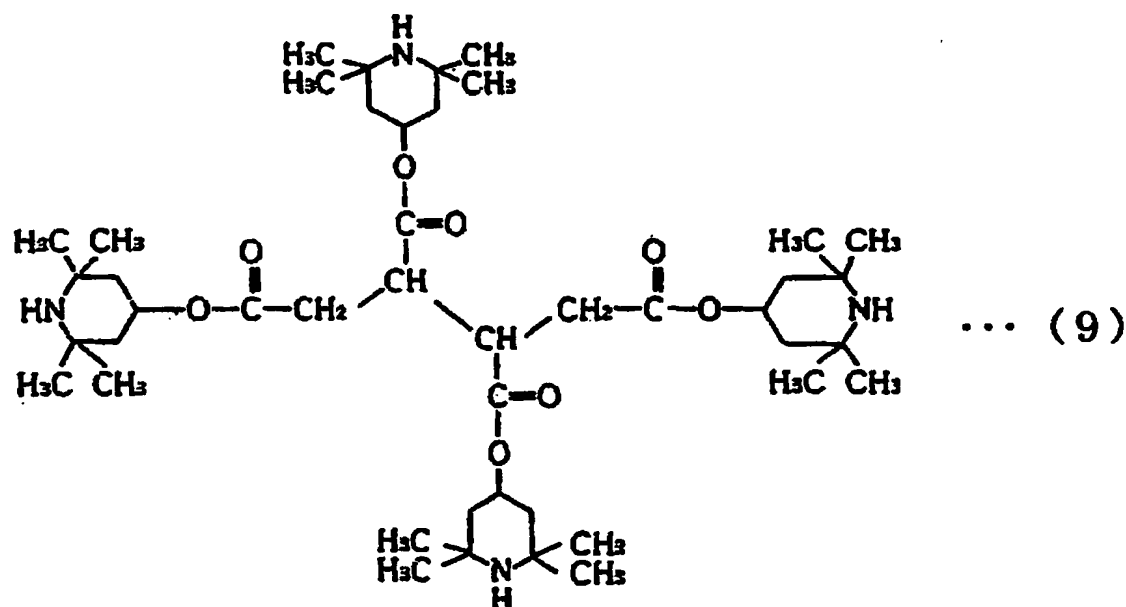
【0041】

【化 7】



【0042】

## 【化 8】



得られたポリエーテルエステルエラストマーを230℃で熔融し、紡糸口金より吐出量3.05g/分で押出した。この際、口金直下から9cmを保温した。この熔融ポリマーに口金下3mの位置で油剤を付与し、2個のゴデットロールを介して510m/分で捲取り、さらに750m（巻取ドラフト1.47）で巻き取って44デシテックス/1フィラメントのポリエーテルエステル弾性繊維を得た。結果を表1に示す。

## 【0043】

次に上記弾性繊維を、筒編み機を用いて132g/m<sup>2</sup>のニットとした。このニットを20℃65%RHの環境下に24時間放置した後と、さらにこれを20℃軟化水中に1分間浸漬し水から取り出しニット表面に付着している水分を濾紙で挟んで取り除いた後とで、それぞれのニットの目開きを観察した。その結果、軟化水中に浸漬した後では、ニットの目開きが大きくなっているのが確認できた。

## 【実施例2】

ポリオキシエチレングリコール（数平均分子量4000）に代えて、ポリオキシエチレングリコール（数平均分子量2000）を使用する以外は実施例1と同様に行い、固有粘度が1.16の弾性繊維を得た。結果を表1に示す。

## 【0044】

## 【実施例3】

ポリオキシエチレングリコール（数平均分子量4000）の共重合量割合をハードセグメント/ソフトセグメントの重量比率が60/40重量%となるように変えた以外は実施例1と同様に行い、固有粘度が1.12のポリエーテルエステル弾性フィラメントを得た。結果を表1に示す。

## 【実施例4】

5-Naスルホイソフタル酸ジヒドロキシエチルエステル（3,5-ジ（β-ヒドロキシエトキシカルボニル）ベンゼンスルホン酸ナトリウムに同じ）の共重合量を、ポリエーテルエステルエラストマーを構成する全酸成分に対して2.0モル%とした以外は実施例1と同様に行い、固有粘度が1.18のポリエーテルエステル弾性フィラメントを得た。結果を表1に示す。

## 【0045】

## 【比較例1】

5-Naスルホイソフタル酸ジヒドロキシエチルエステル（3,5-ジ（β-ヒドロキシ

シエトキシカルボニル) ベンゼンスルホン酸ナトリウムに同じ) に代えて、5-Na スルホイソフタル酸ジメチルを使用した以外は実施例 1 と同様に合成反応を行って固有粘度が 1.10 のポリエーテルエステルエラストマーを得た。このポリエーテルエステルエラストマーを用いて、以下実施例 1 と同様に熔融紡糸を行った。結果を表 1 に示す。

〔実施例 5 及び比較例 2〕

紡糸速度、巻取速度を表 1 に示すように変更した以外は、実施例 1 と同様にして弾性繊維を得た。結果を表 1 に示す。

〔比較例 3〕

実施例 1 と同一の方法で得た弾性繊維を、2 つの非加熱ローラ間で、延伸倍率 2.0 倍で延伸を施し、巻取り弾性繊維を得た。結果を表 1 に示す。

〔実施例 6〕

実施例 1 で得られた弾性繊維を、経密度 52 本/2.54 cm、緯密度 60 本/2.54 cm の丸編み (スムーズ) とし、これを脇の下と胸部に用いた、男性用下着及びスポーツウェア (何れも上半身) を作成した。これらの下着及びスポーツウェアをそれぞれ 5 人に着用してもらい 2 時間運動してもらったが、何れも、上記弾性繊維を用いていないものに比べ、ベタツキ感、むれ感が少なく、快適性に優れていた。

【0046】

【表1】

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	比較例1	比較例2	比較例3
ワット成分(ポリビニル リジン)比率	50	50	40	50	50	50	50	50
ポリビニルリジンの 平均分子量	4000	2000	4000	4000	4000	4000	4000	4000
スルホン酸金属塩の共 重合量(%)	5.0	5.0	5.0	2.0	5.0	5.0	5.0	5.0
固有粘度	1.07	1.16	1.12	1.18	1.07	0.81	1.07	1.07
紡糸速度(m/分)	510	510	510	510	770	510	600	510
巻取速度(m/分)	750	750	750	750	1000	750	750	750
巻取ドラフト	1.47	1.47	1.47	1.47	1.30	1.47	1.25	1.47
延伸	無	無	無	無	無	無	-	有
強度(cN/dtex)	0.60	0.65	0.74	0.63	0.64	0.58	ゴデット	1.20
伸度(%)	568	534	435	604	487	430	ローラに	250
沸水収縮率(%)	20.8	15.3	18.8	16.5	25.3	9.7	捲付き、断 糸	35.4
35℃95%RH 吸湿度(%)	31.3	26.5	23.6	26.4	27.6	27.3		23.3
吸水伸長率(%)	25.2	18.6	16.4	18.1	21.6	7.9		8.7
吸水時の目開き	大	大	大	大	大	小		小
ベタツキ感	良好	良好	良好	良好	良好	不良		不良
むれ感	良好	良好	良好	良好	良好	不良		不良

## 【産業上の利用可能性】

【0047】

本発明の弾性繊維は、ポリエーテルエステルからなるためリサイクル性に優れている。また、本発明の弾性繊維は、吸放湿性が良好であり、吸放水により可逆的に伸縮するため、吸放水により布帛の目開きが変化する自己調節機能を発現し、快適性に優れた布帛を得ることができる。このため、上記弾性繊維を衣料とし、特にスポーツ衣料、インナー、裏地、ストッキング、靴下など用途で優れた性能を発揮する。



**【書類名】要約書****【要約】**

**【課題】** 吸湿性が良好であり、吸放水により可逆的に大きく伸縮して、快適性に優れた布帛が得られる、リサイクル可能なポリエーテルエステル弾性繊維を提供する。

**【解決手段】** 特定の有機スルホン酸金属塩を共重合した、ポリブチレンテレフタレート  
をハードセグメントとしポリオキシエチレングリコールをソフトセグメントとするポリエ  
ーテルエステルエラストマーからなる弾性繊維とし、該弾性繊維の固有粘度を0.9以上  
、35℃95%RHでの吸湿率を5%以上、吸水伸長率を10%以上とする。

**【選択図】** なし

特願 2003-329584

出願人履歴情報

識別番号

[302011711]

1. 変更年月日

2002年 2月25日

[変更理由]

新規登録

住所

大阪府大阪市中央区南本町一丁目6番7号

氏名

帝人ファイバー株式会社